УДК 669.231.5'235 : 543.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ ПЛАТИНО-РОДИЕВЫЕ
Методы спектрального анализа

Alloys platinum-rhodium.
Methods of spectral analysis

ГОСТ 12556.2—82

Взамен
ГОСТ 12556—67
в части разд. 3

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30 сентября 1982 г. № 3865 срок действия установлен

с 01.01.84
до 01.01.89

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает методы спектрального определения примесей: палладия, иридия, рутения, золота, серебра, железа, никеля, меди, кремния, алюминия, свинца, сурьмы, цинка, олова и магния в платино-родиевых сплавах.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 22864—77.

2. СПЕКТРАЛЬНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПРИМЕСЕЙ В ОБРАЗЦАХ ПРОИЗВОЛЬНОЙ ФОРМЫ И МАЛОЙ МАССЫ (ПРИ МАССОВОЙ ДОЛЕ ЗОЛОТА, КРЕМНИЯ, АЛЮМИНИЯ, СВИНЦА, СУРЬМЫ, ЦИНКА, ОЛОВА, НИКЕЛЯ от 0,005 до 0,05%, РУТЕНИЯ, ЖЕЛЕЗА от 0,01 до 0,08%, ПАЛЛАДИЯ от 0,005 до 0,10%, ИРИДИЯ от 0,02 до 0,08%, МАГНИЯ от 0,003 до 0,03% СЕРЕБРА, МЕДИ от 0,001 до 0,02%)

2.1. Сущность метода

Метод основан на переведении навески сплава в глобулу (жидкую каплю расплава), фотографировании ее спектра в дуговом разряде и измерении интенсивности линий примесей. Связь интенсивности спектральной линии с концентрацией примеси устанавливают по градуировочным графикам.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрограф дифракционный большой дисперсии.

Спектрограф кварцевый средней дисперсии.

gost.e-ecolog.ru

Ослабитель трехступенчатый.

Генератор дуги постоянного тока.

Генератор дуги переменного тока.

Микрофотометр.

Зажимы (электрододержатели).

Стандартные образцы предприятия.

Электроды угольные, изготовленные из спектрально-чистых углей марок ОСЧ-7 или С-2.

Весы аналитические.

Секундомер.

Фотопластинки спектральные типа II, чувствительностью 10—15 условных единиц.

Станок для заточки угольных электродов.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1 : 1.

Проявитель и фиксаж по ГОСТ 10691.0—73, ГОСТ 10691.1—73.

2.3. Подготовка к анализу

2.3.1. Образцы для анализа должны быть в виде ленты, проволоки или стружки массой 2,0 г. Для удаления поверхностных загрязнений образцы кипятят в соляной кислоте (1 : 1) в течение 3 мин, промывают водой и сушат.

2.4. Проведение анализа

2.4.1. Спектры фотографируют на спектрографе большой дисперсии при ширине щели 0,02 мм и освещении ее через трехлинзовый конденсор с диафрагмой на средней линзе конденсора высотой 5 мм. Межэлектродный промежуток корректируют непрерывно в течение всей экспозиции по изображению дуги на экране промежуточной диафрагмы.

В качестве электродов применяют спектральные угли диаметром 6 мм. Нижний электрод фигурный с перетяжкой и миллиметровым углублением в торце электрода. В углубление помещают навеску анализируемого или стандартного образца массой 0,1 г. Для верхних электродов применяют угли, заточенные на полусферу или на усеченный конус с площадкой диаметром 1,5 мм.

Спектры фотографируют с экспозицией 60 с через трехступенчатый ослабитель на фотопластинку типа II.

Источником возбуждения служит дуга постоянного тока силой 8 А. Образец включают анодом. Вместе с анализируемыми образцами на одной фотопластинке фотографируют спектры стандартных образцов анализируемой марки сплава. Для каждого стандартного образца получают по две параллельных спектрограммы, для каждого анализируемого образца — по три.

Фотопластинку проявляют в течение 3—6 мин при температуре проявителя 20°С. Проявленную фотопластинку ополаскивают в воде, фиксируют, промывают в проточной воде, высушивают и фотометрируют.

2.5. Обработка результатов

2.5.1. Длины волн аналитических спектральных линий приведены в табл. 1.

Таблица 1

Определяемый элемент	Длина волны линии примеси, нм	Линия сравнения	Длина волны линии сравнения, нм	Определяемый интервал концентрации, %
Палладий	325,87 324,27	Платина Платина	326,84 324,02	0,005—0,10 0,01 —0,20
Иридий	322,07 284,97	Платина Родий	326,84 285,61	0,02 —0,08 0,01 —0,20
Рутений	349,89 343,67	Платина Платина	326,80 326,80	0,01 —0,08 0,01 —0,08
Золото	312,27 267,59	Платина Платина	307,95 267,45	0,005—0,05 0,01 —0,20
Серебро	338,28	Платина	326,84	0,001—0,02
Железо	259,93 253,58	Платина Родий	259,60 258,72	0,01 —0,08 0,01 —0,20
Медь	327,30	Платина	326,84	0,001—0,02
Цинк	334,50	Платина	326,84	0,005—0,05
Алюминий	309,27 308,21	Платина Платина	307,95 307,95	0,005—0,05 0,005—0,05
Никель	303,79	Платина	307,95	0,005—0,05
Кремний	288,15	Платина	285,31	0,005—0,05
Олово	283,99	Платина	285,31	0,005—0,05
Сурьма	287,79 259,81	Платина Платина	285,31 259,60	0,005—0,05 0,005—0,05
Свинец	280,20	Платина	285,31	0,005—0,05
Магний	277,67	Родий	276,77	0,005—0,02

2.5.2. Определение массовых долей элементов ведут по методу «трех эталонов» с объективным фотометрированием. Градуировочные графики строят для каждого определяемого элемента. По оси ординат откладывают значения разности почернений линии примеси и основного вещества, а по оси абсцисс — значения логарифмов концентраций стандартных образцов.

При помощи градуировочного графика по известным значениям разности почернений находят содержание определяемого элемента в анализируемой пробе.

2.5.3. Сходимость метода характеризуется относительным стандартным отклонением S, приведенным в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля примесей, %	Значения стандартного отклонения, S, %
От 0,001 до 0,01	0,30
Св. 0,01 „ 0,05	0,15
„ 0,05 „ 0,20	0,10

За результат анализа принимают среднее арифметическое трех параллельных измерений при выполнении условия:

$$(X_{max}-X_{min})\leqslant 3S\overline{X}_n,$$

где X_{max} — наибольший результат параллельных измерений;
X_{min} — наименьший результат параллельных измерений;
S — относительное стандартное отклонение, характеризующее сходимость измерений;
$\overline{X}_n$ — среднее арифметическое, вычисленное из n параллельных измерений ($n=3$).

3. СПЕКТРАЛЬНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПРИМЕСЕЙ В ОБРАЗЦАХ, ИЗГОТОВЛЕННЫХ В ВИДЕ МОНОЛИТНЫХ КУСКОВ (ПРИ МАССОВОЙ ДОЛЕ ЗОЛОТА, ПАЛЛАДИЯ, ИРИДИЯ И ЖЕЛЕЗА от 0,01 до 0,20%)

3.1. Сущность метода

Метод основан на возбуждении спектра разрядом дуги переменного тока в измерении интенсивности линий примесей. Связь интенсивности с концентрацией устанавливают градуировкой при помощи стандартных образцов. В качестве одного из электродов применяют монолитный кусок.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы — по п. 2.2.

3.3. Подготовка к анализу

3.3.1. Образцы для анализа должны быть в виде куска произвольной формы массой не менее 50 г с площадкой размером 300—400 мм^2. Для удаления поверхностных загрязнений образцы кипятят в соляной кислоте (1 : 1) в течение 3 мин, промывают водой и сушат.

3.4. Проведение анализа

3.4.1. Спектры фотографируют на спектрографе средней дисперсии при ширине щели 0,01 мм, межэлектродном промежутке 1,5 мм, времени экспозиции 30 с. Источник света — дуговой разряд переменного тока силой 5 А.

Куски анализируемых и стандартных образцов служат нижними электродами. В качестве верхних электродов применяют

стандартные угли, заточенные на усеченный конус с площадкой диаметром 1—2 мм.

Спектры фотографируют через трехступенчатый ослабитель на фотопластинку типа II. При фотометрировании выбирают ступеньку с оптимальными почернениями аналитических линий.

Для каждого стандартного образца получают по две параллельных спектрограммы, для каждого анализируемого образца — по три.

Фотопластинку проявляют в течение 3—6 мин при температуре проявителя 20°С. Проявленную фотопластинку ополаскивают в воде, фиксируют, промывают в проточной воде. высушивают и фотометрируют.

3.5. Обработка результатов — по п. 2.5.

Редактор *И. В. Виноградская*
Технический редактор *А. Г. Каширин*
Корректор *Е. И. Морозова*

Сдано в наб. 12.10.82 Подп. к печ. 03.12.82 0,75 п. л. 0,58 уч.-изд. л. Тир. 10000 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1163

Изменение № 1 ГОСТ 12556.2—82 Сплавы платино-родиевые. Методы спектрального анализа

Утверждено и введено в действие Постановлением **Государственного комитета СССР по стандартам от 13.06.88 № 1730**

Дата введения 01.01.89

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1709.

Пункт 1.1. Заменить ссылку: ГОСТ 22864—77 на ГОСТ 22864—83

Раздел 1 дополнить пунктом — 1.2: «1.2. Числовое значение результата анализа должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и нормируемый показатель марочного состава».

(Продолжение см. с. 84)

(Продолжение изменения к ГОСТ 12556.2—82)

Пункт 2.2. Двенадцатый абзац после слов «типа II» дополнить словами: «или ЭС»;

пятнадцатый абзац. Исключить ссылки: ГОСТ 10691.0—73, ГОСТ 10691.1—73.

Пункт 2.4.1. Третий абзац. Заменить значение: 60 на 45—60; дополнить словами: «или ЭС».

Пункт 3.4.1. Второй абзац после слов «заточенные на» дополнить словами: «полусферу или».

(ИУС № 9 1988 г.)

gost.e-ecolog.ru